

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-10979

(P2004-10979A)

(43) 公開日 平成16年1月15日(2004.1.15)

(51) Int. Cl.⁷

C23C 8/36

F I

C23C 8/36

テーマコード (参考)

4K028

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2002-167070 (P2002-167070)
 (22) 出願日 平成14年6月7日 (2002.6.7)

(71) 出願人 599128480
 株式会社エスディーシー
 大阪府堺市神南辺町4丁132番地
 (74) 代理人 100074206
 弁理士 鎌田 文二
 (74) 代理人 100084858
 弁理士 東尾 正博
 (74) 代理人 100087538
 弁理士 鳥居 和久
 (72) 発明者 田中 信一
 堺市神南辺町4丁132番地 株式会社エ
 スディーシー内
 Fターム(参考) 4K028 BA03 BA14 BA21

(54) 【発明の名称】 プラズマ浸炭処理方法および同処理装置

(57) 【要約】

【課題】 プラズマ浸炭処理の工程数をできるだけ少なくし、またプラズマ浸炭処理および時効硬化の効果がどちらも充分に発揮できるようにして生産効率の高いプラズマ浸炭処理方法とすることである。

【解決手段】 チタン系金属などの金属材料に対して溶体化処理後にプラズマ浸炭処理を行なう方法において、マイクロパルス電源を用い、コンピュータプログラムでプラズマ電源の出力電圧、電流またはパルス幅を制御することによって、被処理物の温度を時効硬化可能な所定温度に制御しながらプラズマ浸炭処理するプラズマ浸炭処理方法とする。プラズマの発生時間をパルス化された電圧の継続時間によって制御することができ、これにより電圧を極端に下げず、しかも被処理物の温度を時効硬化可能な比較的低温に制御することができ、プラズマ浸炭処理と時効硬化を同時に進行させることができる。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項1】

金属材料に対し、溶体化処理後にプラズマ浸炭処理を行なう方法において、マイクロパルス電源を用いて被処理物の温度を時効硬化可能な所定温度に制御しながらプラズマ浸炭処理することを特徴とするプラズマ浸炭処理方法。

【請求項2】

金属材料がチタン系金属であり、かつ温度制御が400～690℃の範囲の温度制御である請求項1に記載のプラズマ浸炭処理方法。

【請求項3】

温度制御が、コンピュータプログラムによってプラズマ電源の出力電圧、電流またはパルス幅を制御する手段を含む温度制御である請求項1または2に記載のプラズマ浸炭処理方法。

【請求項4】

処理ガスを満たした炉殻内に金属製の被処理物を収容し、前記炉殻を陽極とすると共に前記被処理物を陰極として直流電圧を印加することにより、前記処理ガスをプラズマ化して浸炭処理を行なう装置において、

前記直流電源としてマイクロパルス電源を用い、かつコンピュータプログラムによって前記マイクロパルス電源の出力電圧、電流またはパルス幅を制御する制御手段を設けたことを特徴とするプラズマ浸炭処理装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

この発明は、チタン系金属その他の金属材料の表面に対するプラズマ浸炭処理方法およびその方法に用いる装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

一般的なプラズマ浸炭処理方法として、断熱壁で覆われた耐圧構造のプラズマ熱処理炉を、真空にした後にメタンガス、プロパンガス、アンモニアガスなどの処理ガスを供給し、金属製の被処理物を陰極にすると共に炉殻などを陽極とし、両極間にグロー放電を起こさせて処理ガスをイオン化させ、炭素イオン、窒素イオンなどのイオンを被処理物に衝突させて浸炭や窒化などの処理を行なう方法が知られている。

【0003】

被処理物として純チタンまたはチタン合金からなるチタン金属は、耐食性ネジ・ボルト、メガネフレーム、医用・歯科用材料にも用いられ、これらのチタン金属製品に対する摩擦係数の低減および耐摩耗性を改善するために、プラズマ浸炭処理を行なうことが、本願の発明者らによって特開平7-90542号公報に開示されている。

【0004】

また、特開2002-88463号公報には、700℃以上の高温で行われる浸炭処理およびクリーニング処理では、金属母材の軟化による強度低下が避けられないことが記載されている。

【0005】

特に、チタン合金を母材として700～1010℃で溶体化処理を行い、その後400～700℃程度の時効処理を行なって析出硬化をし、その後、700℃以上に加熱処理すると、α型（六方晶系）およびβ型（等軸晶系）の組織が混在した相からなる表面層が形成され、これではチタン合金の表面にα型ばかりでなくβ型も析出し、時効処理によるα型の析出硬化という効果が低下してしまう。

【0006】

一方、チタン金属に対して700℃未満の低温でプラズマ浸炭処理を行なうと、炭素イオンが非結晶（アモルファス）化しやすくなり、チタン金属（処理品）に浸炭されずに表面でススやガラスライクカーボンとなって堆積してしまう。

【0007】

これらの技術に対して、炭素原子（C）に対する水素原子（H）のモル比が（H/C）≤ 9となるように調整された浸炭用ガスからなり、13～400Pa、400～690℃の雰囲気内でプラズマ浸炭処理するチタン金属の表面処理方法も知られている。

【0008】

このように調整された浸炭用ガスを使用し、かつ浸炭温度および浸炭ガス圧力を所定範囲にすると、ガス中の電離反応が適度に抑制され、浸炭に利用されずにススやガラスライクカーボンになるような過剰のカーボンが浸炭時の雰囲気中存在しないので、浸炭反応が順調に進行する。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、上記した従来のプラズマ浸炭処理方法では、溶体化後に時効処理を行い、その後、さらに浸炭処理を行なうようにしているため、処理工程数が多くて効率が悪いという問題点がある。

【0010】

そこで、この発明の課題は、上記した問題点を解決して、プラズマ浸炭処理の工程数をできるだけ少なくし、またプラズマ浸炭処理および時効硬化の効果がどちらも十分に発揮できるようにし、生産効率の高いプラズマ浸炭処理方法とすることである。

【0011】

【課題を解決するための手段】

上記の課題を解決するために、この発明においては、金属材料に対して溶体化処理後にプラズマ浸炭処理を行なう方法において、マイクロパルス電源を用いて被処理物の温度を時効硬化可能な所定温度に制御しながらプラズマ浸炭処理することを特徴とするプラズマ浸炭処理方法としたのである。

【0012】

上記したような工程からなるこの発明のプラズマ浸炭処理方法では、マイクロパルス電源を用いてプラズマ浸炭処理するので、プラズマの発生時間をパルス化された電圧の継続時間（パルス継続時間）によって制御することができ、これにより電圧を極端に下げずに被処理物の表面に対するイオンボンバードメントによるエネルギーの供給を抑制しながら、すなわち金属材料が過熱されないように温調しながら浸炭処理することができる。

【0013】

このようにして、被処理物の温度を時効硬化可能な所定温度に制御することができるようになり、プラズマ浸炭処理と時効硬化を同時に進行させることができる。

【0014】

また、金属材料がチタン系金属であり、かつ温度制御が400～690℃の範囲内の温度制御である上記のプラズマ浸炭処理方法とすることができる。

【0015】

このようにすると、溶体化処理後にチタンまたはチタン合金からなるチタン系金属に対し、浸炭処理と同時に時効処理を行なってα型の析出硬化をさせることができ、特別な浸炭用ガスを使用しなくても炭素イオンが非結晶（アモルファス）化せず、チタン金属の表面にススやガラスライクカーボンが堆積し難い。

【0016】

以上述べたような処理工程における温度制御は、コンピュータプログラムによってプラズマ電源の出力電圧、電流またはパルス幅を制御する手段を含む温度制御であることが好ましい。

【0017】

コンピュータプログラムによって上記のようにプラズマ電源を制御することにより、プログラムコントローラ、シーケンサなどの付属機器を連動させて自動的にかつ正確に適正な温度で浸炭処理ができる。

【0018】

また、以上のような処理工程を行なう場合に用いる装置は、処理ガスを満たした炉殻内に金属製の被処理物を収容し、前記炉殻を陽極とすると共に前記被処理物を陰極として直流電圧を印加することにより、前記処理ガスをプラズマ化して浸炭処理を行なう装置において、前記直流電源としてマイクロパルス電源を用い、かつコンピュータプログラムによって前記マイクロパルス電源の出力電圧、電流またはパルス幅を制御する制御手段を設けたことを特徴とするプラズマ浸炭処理装置であることが好ましい。

【0019】

【発明の実施の形態】

この発明に用いる金属材料は、浸炭処理が必要とされる周知の金属材料であり、特に金属の種類を限定したものではなく、例えばチタン系金属の他、鋼などを用いて好ましい結果が得られる。チタン系金属は、純チタンまたはチタンと他の金属成分との合金のいずれであってもよく、特に合金の組成を限定して採用したものではない。工業材料のチタン金属のチタニウムの純度は、99.9～99.5%程度であるが、このような純チタンを用いることもできる。

10

【0020】

チタン合金を採用した場合に配合される他の金属成分としては、たとえば銅、スズ、鉄、アルミニウム、バナジウム、クロム、コバルト、モリブデン、タングステンなどが挙げられる。

【0021】

溶体化処理は、「固溶化熱処理」または「焼入れ処理」とも称され、合金金属製の被処理物を均一固溶体になる温度にまで加熱して合金元素を固溶させておき、次いで急冷することにより、常温における合金元素の固溶化を図る熱処理である。たとえば純チタンまたはチタン合金の溶体化処理温度は、700～1010℃であり、ステンレス鋼では1000～1100℃前後、アルミニウム合金では450～550℃前後である。

20

【0022】

プラズマ浸炭処理に使用する炭化水素系ガスは、炭素と水素からなるガスの総称であり、鎖式炭化水素でも環式炭化水素のいずれの化合物であってもよい。鎖式炭化水素の代表例としては、一般式 C_nH_{2n+2} で示されるメタン系炭化水素の他、エチレン系炭化水素（一般式 C_nH_{2n} ）、アセチレン系炭化水素（一般式 C_nH_{2n-2} ）が挙げられ、直鎖状であっても側鎖をもったものでもよい。特に、常温で気体のメタン、エタン、プロパン、ブタンは、使用に際して気化設備が不要であるので、好ましいものであるといえる。また、環式炭化水素としては、芳香族化合物または脂環式化合物のいずれであってもよく、芳香族化合物の代表例としては、ベンゼン（ C_6H_6 ）が挙げられる。

30

【0023】

この発明に用いるプラズマ浸炭処理装置は、周知の真空熱処理炉にパルス矩形波形の電圧を発生させるパルス電源ユニットを利用したプラズマ浸炭処理装置を組み合わせたものであり、その電源としてマイクロパルス電源を用いることにより被処理物の浸炭温度を正確に調整可能である。

【0024】

マイクロパルス電源は、オーストリア国のルービック社製プラズマ電源ユニットとして市販されているマイクロパルス（登録商標）を用いることができる。同社製のマイクロパルス電源としては、50kHzという高速の最大変換周波数を有し、パルス幅4～1000μs、パルス間隔10～1000μs、出力電圧1000V、出力電流（パルス平均）45～860A、ターンオン時間0.5μsという性能のものを用いて好ましい結果を得ている。

40

【0025】

図1に示すように、このようなマイクロパルス電源を用いると、ある時間内に一定の電圧をかけ（パルス継続時間）、次の瞬間には電圧は与えない（パルスポーズ）というパルス化された電圧をプラズマ浸炭処理装置に供給できる。

【0026】

50

そこで、もし処理装置内の温度が高すぎると、電圧が切られる時間（パルスポーズ）を長くし、それによって被処理物に付加されるエネルギーを抑えることができる。逆に温度が低下してきたら、パルスポーズ時間を減らし、パルス継続時間を増やせばよい。これらの場合、イグニッションタイムはできるだけ短い方が好ましい。

【0027】

そして、気体の反応が止まってしまうまでの時間は、電圧がなくなってから1ms以下である。このパルスポーズ時間を適当に短い時間に保つことにより、気体の反応は電圧をかけていない間も維持され、しかも被処理物に付加されるエネルギーを抑えることができる。

【0028】

このようにして被処理物の過熱を抑えながら浸炭処理することができ、特に被処理物の温度を時効硬化可能な所定温度に制御することにより、プラズマ浸炭処理と時効硬化を同時に進行させることができる。

【0029】

このように時効処理と浸炭処理を同時に行なうと、例えば浸炭処理を含めた一連の処理に所要の時間が6時間程度である場合、従来の時効処理後に2～4時間程度要する浸炭工程を短縮することができる。

【0030】

プラズマ浸炭処理装置において、マイクロパルス電源を制御するには、パーソナルコンピュータに制御のためのソフトウェアを組み込んで行なうことが適切な手段である。

【0031】

この発明におけるプラズマ浸炭処理の雰囲気温度は、400℃～690℃程度である。なぜなら、上記の所定範囲未満の低温雰囲気温度では、どのように電流、電圧、浸炭ガス圧力を調整しても、チタン金属内部に活性炭炭素が侵入できず拡散も困難になる。また、上記所定範囲を越える高温では、チタン金属が強度低下を起こす可能性が高くなるからである。

【0032】

そして、所定温度に制御しながらプラズマ浸炭処理するには、まず、炉内に有機溶剤または超音波で洗浄処理されたチタン金属からなる成形品を装入し、排気した後、付設のヒータにより400℃～690℃に加熱し、次いで水素ガスを含む不活性ガスからなるクリーニング用ガスを導入し、前記温度で10～60分保持すると共に、200～1500Vの直流高電圧を印加してチタン金属表面の酸化膜を除去する（クリーニング処理）。

【0033】

次に、フロパングス等の浸炭用ガスとクリーニング用ガスとの混合ガスを10～2000Pa程度の圧力に調整し、マイクロパルス電源から好ましくは電流密度0.1A/m²～5A/m²の低電流で200～1000Vの直流高電圧を印加し、プラズマ浸炭処理を行なう。

【0034】

プラズマガス中には、イオン化した活性炭炭素C⁺が発生し、これが金属表面に付着してさらに内部に拡散するか、またはスパッタリングもしくは打込みの作用によって浸炭反応が進行する。

【0035】

プラズマ浸炭処理は、例えば図2に示した制御ソフトウェアの基本構成のフローチャートに従って自動的に行なうことが好ましい。

【0036】

その場合、まず浸炭炉を始動し、制御信号入力待ちの状態で電圧、電流について観測する。浸炭炉は、設定圧力以下まで減圧しておき、その後、ヒータによる加熱を行なう。そして、設定温度は800℃、60分のキープ時間を経た後、水素、アルゴンを一定量（予めソフトウェアで設定された量）炉内に導入し、設定圧力以下になると、シーケンサを通じて信号をソフトウェアに送る。

【0037】

その後、プラズマ電源に異常がなく、オンできる状態であれば、電源をオンし、材料温度を測定すると共にスパッタ処理を開始する。出力電圧については、ソフトウェア上で設定された値で出力される。その後、プラズマ電源をオン・オフしながらプラズマ浸炭を400～690℃の範囲内で制御（PID制御）する。その場合、品温または雰囲気についての温度管理は、設定温度との誤差が±8℃の範囲で行うことが適当である。

【0038】

その後、材料が、ソフトウェア上で設定した処理温度に達して所定時間を経過した後、浸炭処理を終了させ、炉内を冷却ガスおよび炉内の気流循環によって冷却する。

【0039】

以上のようなプラズマ浸炭方法によれば、チタン金属表面の処理層は、炭化されたことによって、その炭化物が潤滑性を発揮すると考えられ、摩擦係数および摩擦量を低減させるようになり、またチタン金属の耐食性を低下させることもない。

【0040】

【実施例】

チタン合金（Ti-6Al-4V）について、予め、溶体化処理（950℃で1時間保持した後、水冷する処理）した試験片をアセトン中で超音波洗浄した後、以下の装置および条件でプラズマ浸炭処理を行なった。

【0041】

すなわち、プラズマ浸炭装置は、真空熱処理装置（対流加熱装置を付設した高速ガス冷却式真空炉）内にグラファイトファイバー等の断熱材で囲まれた処理室を設け、この処理室内をロッドグラファイトからなる発熱体で加熱すると共に、処理室内の上部に直流グロー放電の正極を接続し、かつ処理品の載置台に陰極を接続し、また処理室内の要所にはガスマニホールドを設置してクリーニングガスおよび浸炭用ガスを適宜に切り替え、または混合して導入できる浸炭処理装置を用いた。

【0042】

真空熱処理装置の本体は、常用で150～1280℃の加熱能力を有し、炉本体、真空排気装置、ガス配管、冷却水配管、熱電対、トランス・サイリスタ盤、動力盤、制御盤などから構成され、金属熱処理全般（焼入、焼戻、溶体化処理、時効処理、焼きなまし）に使用できるものである。

【0043】

因みに、この装置は、低温度から高温度までの広範囲において熱処理の均一加熱と保持温度の精度を高めるために、黒鉛製のヒータを上下および両側面の4面に設置しており、これらを分割制御可能である。

【0044】

そして、内部ファン（遠心式フレートファン）による窒素ガスまたはアルゴンガスによる強制循環方式によるガス循環装置と、水冷式フィンチューブおよび遠心式ターボファンによる冷却装置、および炉内に流入させる冷却用窒素ガスの圧力を変化させることにより冷却速度を広範囲に調整できるものである。

【0045】

このような浸炭処理装置を用いて先ず、クリーニング処理を行なった。すなわち、処理室を排気し、ヒータで480℃に加熱し、アルゴンガスおよび水素ガスをそれぞれ所定流量で53.3Paとなるように導入すると共に0.4Aの電流および440Vの電圧値で15分間保持し、チタン合金（Ti-6Al-4V）の表面をクリーニングした。

【0046】

次に、浸炭温度その他の所定条件として、温度制御が500±8℃の範囲内の温度制御となるように前述の制御ソフトウェアの基本フローに従った自動運転にてプラズマ浸炭処理および時効硬化処理も同時に行ない、処理後に窒素ガスを処理室内に圧入して常温にまで冷却した。

【0047】

以上のプラズマ浸炭処理によれば、時効処理後の浸炭処理を別途行わずとも所定の硬度500HVが得られた。これらことから、プラズマ浸炭処理において工程数は省略されてプラズマ浸炭処理および時効硬化の双方の効果が得られたことがわかる。

【0048】

【発明の効果】

この発明は、以上説明したように、溶体化処理後の金属材料に対し、プラズマ浸炭処理を行ない、その際、被処理物の温度を時効硬化可能な所定温度に制御しながらプラズマ浸炭処理するので、被処理物の表面に対するイオンボンバードメントによるエネルギーの供給を抑制し、すなわち金属材料が過熱されないように温調しながら浸炭処理することができ、このときプラズマ浸炭処理だけで時効硬化処理も同時に行えるので、工程数を省略して短時間でプラズマ浸炭処理および時効硬化の双方の効果を得的。

10

【0049】

また、金属材料がチタン系金属であり、かつ温度制御が400～690℃の範囲内の温度制御であれば、溶体化処理後のチタン系金属に対して、 α 型の析出硬化をさせることができ、特別な浸炭用ガスを使用しなくても炭素イオンが非結晶化せずに、チタン系金属の表面にススやガラスライクカーボンが堆積し難い利点もある。

【0050】

処理工程における温度制御は、コンピュータプログラムによってプラズマ電源を制御することにより、付属機器を連動させて自動的にかつ正確に適正な温度で浸炭処理ができる。

【0051】

また、以上のような処理工程を行なう場合に用いる装置は、炉殻内に金属製の被処理物を収容し、前記炉殻を陽極とすると共に前記被処理物を陰極とし、直流電源としてマイクロパルス電源を用い、かつコンピュータプログラムによって前記マイクロパルス電源の出力電圧、電流またはパルス幅を制御する制御手段を設けたので、前記同様に短時間でプラズマ浸炭処理および時効硬化の双方の効果が得られる。

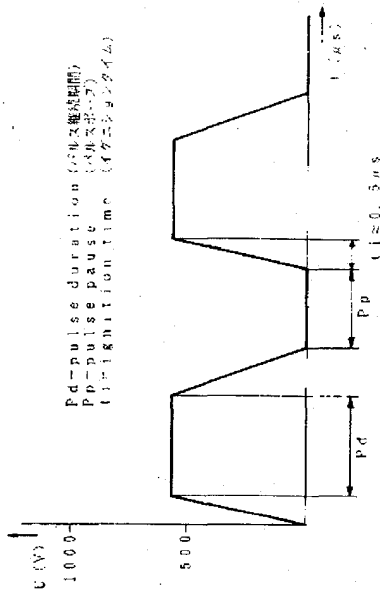
20

【図面の簡単な説明】

【図1】マイクロパルス電源の出力電圧と時間との関係を示す図表

【図2】制御ソフトウェアの基本構成を示す流れ図

【図 1】



【図 2】

